

日本鋼管㈱技術研究所 ○ 高橋隆昌

土田正治 井樋田睦

1 : 緒言

鋼中微量酸素を定量する際に試料研摩法が定量値に影響を与えることは古くから知られていた。しかしながら当時生産されていた鋼はリムド鋼なども多く、キルド鋼においても極低酸素域(10 ppm)程度に達していなかった。そのため実用的には試料研摩の問題はさほど重要でないことが多かった。しかしながら近年製鋼技術の高度化に伴ない清浄性のきわめて高い鋼が大量生産されるに至った。このような背景により再度鋼中酸素の微量分析における試料研摩法の影響を明確にし、最適な方法を見出すために検討を行なった。

2 : 実験方法

実験に用いた試料は日本鉄鋼協会酸素標準試料(GS-2 a (O=17.5 ppm)および5mmφ低炭アルミキルド鋼(O=6~31.5 ppm), 同一素材を冷延した2.0, 1.0, 0.5, 0.2 mm厚低炭アルミキルド鋼板(O=8 ppm)で、検討した研摩法を表1に示す。なお酸素分析装置はクローマチック0(アルゴン送気電量滴定法)によった。

表1 研摩方法

研摩法	条 件
グラインダ	と粒: Al ₂ O ₃ , 粒度: 80, 結合剤ビトリフアイト 最高使用周速度 2000 m/min
金ヤスリ	細 目
エメリー紙	CC-180, 320, 500Cw
電解(液)	10%アセチルアセトン-1%テトラメチルアンモニウム クロライド-メタノール (10+1)CH ₃ COOH+HC10 ₄

3 : 実験結果と考察

GS-2 a約1gをグラインダ研摩したものは金ヤスリ研摩したものに比較して3~4 ppm高値を示した。また金ヤスリ研摩したものは電解研摩(10%アセチルアセトン系)に比較して約2 ppm高値を示した。さらに薄板材を用いて、比表面積が定量値に与える影響を調べ図1の結果を得た。図1よりエメリー紙(320Cw)研摩、電解研摩は試料表面積の増加とともに、それぞれ約1.5 μg/cm², 0.4 μg/cm²の割合で酸素定量値を大きくすることがわかった。丸棒材について、別に電解抽出により定量した酸化物酸素値とこれを電解研摩(10%アセチルアセトン系)、金ヤスリ研摩を行なった全酸素値を比較した。結果を図2に示したが、電解研摩の場合は両者の値はよく一致したが、金ヤスリ研摩の場合は酸化物酸素値より1~4 ppm高値を示した。この結果は上記GS-2 aの結果とよく一致した。

4 : 結言

鋼中微量酸素の定量を行なう場合や試料比表面積の大きい形状の酸素定量を行なう場合は最終研摩を表面汚染の最も小さい電解研摩法によらなければならない。また10%アセチルアセトン系とCH₃COOH系の差はほとんど見られず、いずれの方法でもさしつかえないことがわかった。

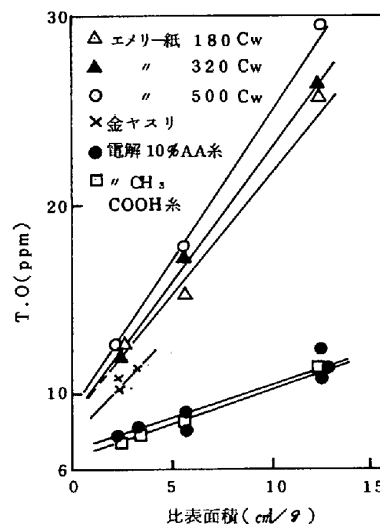


図1 試料比表面積と酸素定量値の関係

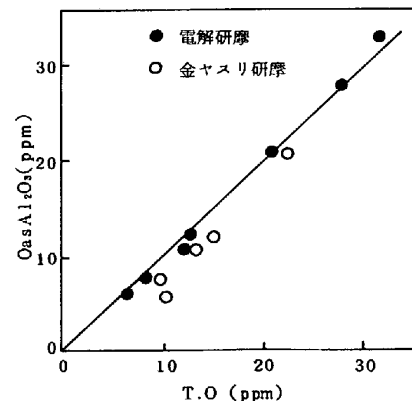


図2 酸化物酸素値と全酸素値の比較